



REST AVAILABLE COPY  
PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-258714

(43)Date of publication of application : 19.10.1990

(51)Int.Cl.

A61K 7/16  
A23G 3/00  
A23L 1/236

(21)Application number : 01-329813

(71)Applicant : WARNER LAMBERT CO

(22)Date of filing : 21.12.1989

(72)Inventor : CHERUKURI SUBRAMAN RAO  
WONG LUCY LEE

(30)Priority

Priority number : 88 288512    Priority date : 22.12.1988    Priority country : US

(54) STABILIZED SUCRALOSE COMPLEX

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a thermally stabilized sucralose composition comprising a co-crystallized complex of sucralose with a cyclodextrin and capable of being added to sweeteners or medicines.

CONSTITUTION: This thermally stabilized sucralose composition comprises a co-crystallized complex of sucralose and at least about 5wt.%, preferably 15wt.%, of a cyclodextrin, preferably  $\beta$ -cyclodextrin. The complex is obtained by dissolving the cyclodextrin and the sucralose in a non-aqueous solvent such as methanol, removing the methanol, precipitating the left slurry in a solvent such as ethyl acetate, filtering the precipitates, washing the precipitates, and subsequently drying the precipitates. The obtained co-crystallized complex has improved thermal stability, and may be added to foods, comestibles, and oral medications.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-258714

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)10月19日

A 61 K 7/16  
A 23 G 3/00  
A 23 L 1/236A 6971-4C  
8114-4B  
7823-4B

審査請求 未請求 請求項の数 25 (全9頁)

⑭ 発明の名称 安定化スクラロース複合体

⑰ 特 願 平1-329813

⑱ 出 願 平1(1989)12月21日

優先権主張 ⑲1988年12月22日 ⑳米国(US)㉑288512

⑳ 発 明 者 スブラマン・ラオ・チ エルクリ アメリカ合衆国ニュージャージー州(07082) トウエイコ  
ー、ジーンドライブ10

㉑ 発 明 者 ルーシー・リー・ワン アメリカ合衆国ニューヨーク州(11370) ジャクソン ハ  
イツ、セブンティエイトスストリート31-21

㉒ 出 願 人 ワーナー・ランパー アメリカ合衆国ニュージャージー州(07950) モーリス  
ト・コンパニー ブレインズ、ティバーロード201

㉓ 代 理 人 弁理士 高木 千嘉 外2名

## 明 細 書

1 発明の名称 安定化スクラロース複合体

2 特許請求の範囲

- 1) スクラロースとシクロデキストリン少なくとも約5重量%との共結晶複合体を含有する熱安定化スクラロース組成物。
- 2) シクロデキストリンが、 $\alpha$ -シクロデキストリン、 $\beta$ -シクロデキストリン、 $\gamma$ -シクロデキストリンおよびこれらの混合物よりなる群から選択される請求項1記載の組成物。
- 3) スクラロースの一部または全部がシクロデキストリンに捕獲されている請求項1記載の組成物。
- 4) 複合体がシクロデキストリン少なくとも約15重量%を含有する請求項1記載の組成物。
- 5) 粒状形態に調製された請求項1記載の組成物。

6) 複合体が約10ミクロンの水準の粒径を有する請求項5記載の組成物。

7) 下記段階:

- a) 適当な非水性溶媒中に所定量のスクラロースおよび化学量論的に十分な量のシクロデキストリンを溶解すること;
  - b) 段階a)で形成した溶液を、スクラロースとシクロデキストリンとの完全な共結晶が起るのに十分な時間保持すること;
  - c) 段階b)で得た結晶反応生成物を回収しこれを乾燥すること;
  - d) 段階c)で得た物質を粉砕して粒子を形成すること、
- を包含する、熱安定化スクラロース組成物の製造方法。
- 8) シクロデキストリンが、 $\alpha$ -シクロデキストリン、 $\beta$ -シクロデキストリン、 $\gamma$ -シク

ロデキストリンおよびこれらの混合物よりなる群から選択される請求項7記載の方法。

- 9) 得られた粒子がシクロデキストリンを少なくとも約5重量%を含有する請求項7記載の方法。
- 10) 得られた粒子がシクロデキストリンを少なくとも約15重量%を含有する請求項7記載の方法。
- 11) 非水性溶媒が、メタノールおよび酢酸エチルよりなる群から選択される請求項7記載の方法。
- 12) 非水性溶媒が、メタノールおよび酢酸エチルを含有する請求項7記載の方法。
- 13) 溶液を約8時間まで保持する請求項7記載の方法。
- 14) 溶液が酢酸エチルを含有し、約8時間のオーダーの時間、下降した温度下で保持される。

- 23) 硬質キャンデー、軟質キャンデー、チョコレートおよびクッキーよりなる群から選択される請求項22記載の菓子調製物。
- 24) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する呼気ミント(ブレスミント)。
- 25) 請求項1の安定化組成物を含有する甘味料を含有する経口摂取可能な薬学的組成物生物。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明はクロロスクロース甘味料の調製、そして特に種々の食品および菓子製品への配合に用いるために有用な安定な形態の甘味料の調製、並びに医薬品への使用に関する。

スクラロースとして知られている甘味剤は、スクロースとガラクトスクロースを基にした化合物の1種より誘導されるクロロスクロースを含み、これは水酸基の1つまたはそれ以上が塩素原子で置換されているものであり、英国特許

請求項7記載の方法。

- 15) 粒子が約10ミクロンの平均粒径を有する請求項7記載の方法。
- 16) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する固形食品。
- 17) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する水性食品。
- 18) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する液体飲料。
- 19) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有するチューインガム組成物。
- 20) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する口中清浄剤(マウスウォッシュ)。
- 21) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する咳止めドロップ。
- 22) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する菓子調製物。

1543,167号に開示されており、その内容は参考のために本明細書に組み込まれる。特に重要な化合物は、スクラロース、(4-クロロ-4-デオキシ- $\alpha$ -D-ガラクトピラノシル1,6-ジクロロ-1,6-ジデオキシ- $\beta$ -D-フルクトフラノシド、4,1',6'-トリクロロ-4,1',6'-トリデオキシガラクトスクロースとしても知られている)である。スクラロースおよびその類似化合物は強力な甘味を有するものとして知られており、スクロースの数百倍の甘味を与え、食品、キャンデー、可食製品、飲料および咳止めシロップのような経口投与用医薬を包含する種々の製品中のサッカリンを代替するための低カロリー甘味料として特に価値あるものである。

この種の化合物は、一般的に比較的安定で不活性であり、そして特に酸性の溶液中で安定で

あることが、アスパルテームのようなペプチド系甘味料とは対照的である。しかしながら完全に乾燥した条件のもとでは結晶形態で存在するスクラロースは上昇した温度に応じて変色する傾向を有する。例えばこのような変色は100℃の温度に純粋な乾燥スクラロースを20分間曝露した後に観察されており、色は黄褐色に変化する。

種々の方法によりスクラロースを安定化させる試みが行なわれてきた。例えばJacksonへの英国特許出願2,169,601号では、スクラロースを含む炭素塩基、特にナイアシンアミドまたはアミノ酸のようなアミン基含有化合物と共結晶することにより処理する。別の方法はJacksonおよびJennerにより検討されており、欧州特許公開0,255,260号に開示されており、これでは結晶スクラロースを調製し、次に一定の範囲を有

シクロデキストリン少なくとも約5重量%を含有し、そして均質な粒径を有する粒状形態に調製される。好ましい実施形態においては共結晶複合体はシクロデキストリンを少なくとも約15重量%を含有する。

複合体はメタノールのような非水性溶媒にシクロデキストリンとスクラロースとの混合物を溶解し、次にメタノールを除去し、残存するスクラリーを酢酸エチルのような溶媒中に入れ、形成した沈殿を濾過し、これらを更に酢酸エチルで洗浄し、次に形成した結晶を乾燥させることにより調製してよい。その後、結晶を粉砕して所望の粒径とし、使用に供する。

得られた結晶複合体の熱安定性は向上しており、サッカリンのような甘味料が望ましい種々の食品、菓子および医薬製品に配合できる。従つて、本発明は1つの成分としてこの複合体を

する寸法、特に平均粒径10ミクロン以下で最大粒径が平均粒径の2倍以下であるような粒子になるまで変化させる。

上記した試みでは何れも得られるスクラロース製品は商品としては好ましくない熱不安定性を示し続け、そして含炭素塩基物質と共結晶させた場合には甘味刺激の低下した物質と混合することによりその許容性がさらに限定されてくるため完全に十分なものとはいえなかつた。

従つて食品および食品関連製品に配合した際に甘味刺激のアリバリーを同じく最大にすることができるよう真に熱安定性のある形態のスクラロースの開発が望まれていた。

本発明によれば、スクラロースとシクロデキストリン、好ましくは $\beta$ -シクロデキストリン( $\beta$ -CD)との共結晶複合体を含有する熱安定化組成物が調製される。共結晶複合体はシクロ

含有する抗菌性口腔用製剤等のような製品にも関するものである。

従つて、甘味料スクラロースの熱安定性形態を調製することが本発明の原理的な目的である。

また、甘味料供給系を使用しながら未改質の甘味料物質の熱安定性に匹敵するような向上した熱安定性を示すような前記した甘味料スクラロースを調製することも本発明の別の目的である。

更に別の本発明の目的は簡単で経済的に行なうことのできる甘味料スクラロースの熱安定性複合体の調製方法を提供することである。

更にまた別の本発明の目的は、甘味料スクラロースを含有する熱安定化複合体を含有する1つまたはそれ以上の可食性製品を調製することである。

更にまた別の本発明の目的は、甘味料スクラ

ローズの熱安定化複合体を含有する1つまたはそれ以上の食品を調製することである。

更にまた別の本発明の目的は、甘味料スクラローズの熱安定化複合体を含有する1つまたはそれ以上の医薬製品を調製することである。

その他の目的および利点は後述する図面を参照しながら詳細な説明を検討することにより当業者には容易に知り得るものである。

前述したように、本発明はスクラローズとシクロデキストリンの結晶複合体を形成することによる熱安定性形態のスクラローズ甘味料の調製に関する。特に複合体はシクロデキストリンとスクラローズとの共沈殿を構成し、シクロデキストリンは少なくとも約5重量%、より好ましくは少なくとも約15重量%の量で存在する。複合体は回収してよく、得られた結晶を粉砕して均質な粒徑を得てよい。

よびハロゲン化水素、脂肪酸およびそのエステルを包含する種々の物質がシクロデキストリンの内部空洞に保持される化合物に含まれる。「外来物質(ゲスト)」分子はシクロデキストリンの内部空洞に少なくとも部分的にはまり込み、包接複合体を形成できるような寸法の基準を満足しなければならない。

CDはこれまでは望ましくない香気成分のマスクング、酸化防止、フレーバーの保存および水分吸収の防止を目的として砂糖入食品のような食品に使用されてきた。CDはまた呼気悪臭低減剤、安定剤および柑橘系果実フレーバーの苦味を低減するための添加剤としても有用であることが解っている。

上記した機能におけるシクロデキストリンの使用は文献に記載されており、参考のための文献の例は、Bzejlik, J.の「シクロデキストリン:

本発明で使用するシクロデキストリン(以後CDと略記する)は環状の非還元オリゴ糖同族体であり、 $(C_6H_{10}O_5)_n$ の組成式を有し、 $\alpha$ -1,4-グルコシド結合で連結されて環状構造を形成している。一般的に、6~10個のD-グルコピラノース基がこのようにして結合し、剛性の「ドーナツ型」の内巻構造を形成し、内部は特定の容積を有する中空になつている。得られる物質は重合化の程度により、即ちグルコース単位が6、7または8個かにより、 $\alpha$ -CD、 $\beta$ -CDまたは $\gamma$ -CDと称される。環の内部にはC-H結合またはエーテル結合があるため疎水性を示すが環の外部はOH基があるため親水性となる。CDはその構造のために種々の化合物をその環内部に捕獲することが可能であり、「分子」カプセル化剤として有用であると考えられている。例えば、芳香族、アルコール、ハロゲン化合物お

新しい工業用基材物質」、DIE NAHRUNG, 29:9, 911-924 (1985); ナガモト, B.の「シクロデキストリン: その機能と用途の開発の拡大」CHEMICAL ECONOMY AND ENGINEERING REVIEW, Vol. 17, 底7-8 (底190) pp28~35 (1985年7月、8月); 米国特許4,267,166号、米国特許4,332,825号、米国特許4,751,095号および欧州特許出願公開097,950号(味の素社出願)が挙げられる。最初の2文献は一般的にシクロデキストリンの構造および用途を論じており、その用途の広い範囲を開示している。米国特許4,267,166号は悪臭呼気防止剤としてのシクロデキストリンの使用を開示しており、そしてナガモト(上記)の米国特許4,332,825号およびコンノ, A等による「 $\beta$ -シクロデキストリンによる柑橘類果実の苦味低減」AGRIC. BIOL. CHEM., 45(10): 2341-2342 (1981)はナリン

ジンおよびリモニンのような苦味化合物との包接複合体を形成することによる柑橘類の苦味を低減するシクロデキストリンの能力を開示している。米国特許4,751,095号および欧州特許公開はアスパルテームとのシクロデキストリン複合体の調製を論じている。最後に挙げた公開文献は共通溶媒中でシクロデキストリンとアスパルテームを反応させ、形成した複合体を乾燥することにより両物質の安定化包接複合体の形成を開示しているが、乾燥工程は欧州特許公開の場合は任意なものであつた。両方の公開文献と本発明とはアスパルテームとスクラロースという構造的明らかな相違が有り、そして特に本発明では複合体を調製する方法が異なるのである。

CDは通常は澱粉から、これをアミラーゼまたは *Bacillus macerans* またはアルカリ耐性細菌から得た同様の酵素で処理することにより調製

コース成分の変色が起こるほど過度に上げてはならない。

特に本発明の方法は下記段階：

- a) 適当な非水性溶媒中に所定量のスクラロースおよび化学量論的に十分な量のシクロデキストリンを溶解すること；
  - b) 段階a)で形成した溶液をスクラロースとシクロデキストリンとの完全な共結晶が起こるのに十分な時間保持すること；
  - c) 段階b)で得た結晶反応生成物を回収しこれを乾燥すること；
  - d) 段階c)で得た物質を粉砕して粒子を形成すること、
- を包含する。

酢酸エチル溶液は場合により攪拌して良く、そして同様に温度を低下させて結晶化が起こるのに必要な時間、その条件下に維持してよい。

される。本発明で利用できるCDには制限はないが、得られる複合体に望まれる溶解度に応じて、特定のCD、即ち $\alpha$ -CD、 $\beta$ -CDまたは $\gamma$ -CDを選択できる。場合により、または特定のシクロデキストリンを使用することが重要ではない場合は、それぞれのシクロデキストリンを混合物として使用してもよい。本発明の複合体を食品添加物として使用する場合は、 $\beta$ -CDが好ましい。

前記したように、スクラロースとシクロデキストリンとの共結晶複合体は単にメタノールのような非水性溶媒中の両成分の溶液を形成し、溶媒を除去し、得られたスラリーを酢酸エチルの溶液中に入れることにより調製して良く、これらの操作は全て室温で行なつてよい。成分をそこに添加し、共結晶が起こるのに十分な時間保持してよい。当然ながら溶液の温度はスクラ

結晶の形成が終了した後に、反応生成物を濾過などにより回収し、場合によりさらに所用量の酢酸エチルで洗浄し、つぎに乾燥してよい。乾燥終了後、得られた結晶を粉砕して均一な粒径にしてよく、その後保存するかまたは種々の製品に配合してよい。

本発明に従つて調製した複合体は甘味料として通常使用されている砂糖を代替する目的で、どのような水性の食品中で使用するのにも適している。「水性の食品」という用語は本明細書では乾燥食品および油性の食品を除く全ての食品を指すものであり、制限しない例としては柑橘果汁のような果汁飲料、トマトジュースのような野菜ジュース、コーラ、スポーツドリンク（即ち、浸透圧調節等張飲料）、コーヒー、紅茶、ココア、生乳および乳飲料、ジンジャーエールのような飲料；ヨーグルト、ゼリー、プデ

イングおよびムース；ケチャップ、マヨネーズ、サラダドレッシング、果実フレーバーソース、チョコレートソース、トマトソースおよびチリソースのようなソース類；クリーム、トッピン、センター充填物およびジャム；アイスクリームおよびシャーベットの様な氷菓；ピクルス用シロップ、ピクルス製造用シロップ；チューインガム、ハードキャンディー、スガーキャンディー、ゼリービーンズ等を包含する。

本発明の複合体をチューインガムに配合する場合は、ガムベースは咀嚼可能な実質的に水不溶性のベース、例えばチクルまたはその代替品、グッタケイ、ソルバ、ジエルトン、合成樹脂、ゴム等およびこれらの物質の混合物の何れかであつてよい。チューインガム中に使用するガムベースの量は使用する特定のベースおよび最終製品を調製するための他の成分により変化して

よい。しかしながら一般的にはガムベースは最終組成物の約15～約40重量%、好ましくは約20～約30重量%の量に変化してよい。

ラノリン、プロピレングリコール、グリセロール等およびこれらの混合物のような可塑剤または軟化剤を場合によりガムベースに配合して所望のテクスチャーおよびコンシステンシーを得てよい。チューインガムに使用するフレーバーは精油または合成フレーバーまたはこれらの混合物であつてよい。シナモン、ウインターグリーン、スベアミント、ペパーミント、パーチアニス、果実フレーバー等のようなフレーバーを十分使用してよい。フレーバーの量は好みの問題であるが、フレーバーの種類およびそれとともに使用するベースの種類のような要因に応じたものであつてよい。一般的にフレーバー剤は総ガム組成物の約1重量%に相当する。

チューインガムは明確で好ましい甘味を有することが一般的に望まれているため、チューインガムの残りの部分は一般的に水溶性炭水化物、特に砂糖または糖アルコールのような増量甘味料(bulk sweetener)よりなる。即ち、本発明のスクラロースとCDの共結晶複合体の配合のほかに、増量およびまたは甘味付与能力を有するものとして当該分野で知られている種々の甘味料を使用してよい。例えば砂糖入チューインガム組成物はスクラロース、デキストロース、コーンシロップ、ガラクトース、グルコース、フルクトースおよび代替品およびこれらの混合物を含有してよい。砂糖代替品はマンニトール、ソルビトール、キシリトール、酸サツカリンおよびその塩、サイクラメートおよびアスパルテームのようなジメプチド類、ジヒドロカルボン、グリシルリチンおよび *Stevia rebaudiana* (ステ

ビオサイド)のようなシュガーレスガムで使用されるどのような甘味剤も包含してよい。やはり付加的な甘味料として包含されるものには非脱水性糖代替品(水素化澱粉加水分解物)、即ち米国特許再発行26,959号に記載されているもの、および西独国特許2,001,017.7号に記載されている合成甘味料3,4-ジヒドロ-6-メチル-1,2,3-オキサチアジン-4-オン-2,2-ジオキシド(エースサルフェーム-K)特にそのカリウム塩、ナトリウム塩およびカルシウム塩である。

本発明のスクラロース複合体をチューインガムに配合する場合はこれは約0.02～約0.25%の量で使用してよく、十分な甘味を与える。当然ながら所定のチューインガムに配合するスクラロース複合体の正確な量は所望の甘味水準に応じて変化する。

また本発明の複合体は口腔清浄剤（マウスウォッシュ）、噴霧剤、うがい剤、練り歯磨き、歯用クリームまたは粉歯磨きのような水性または水性-アルコール系の口腔用製剤に配合できる。このような場合は複合体は最終組成物の約0.01〜約40重量%、より好ましくは約5〜約40重量%の範囲の量で存在する。

本発明の複合体を配合する口腔用製剤は種々のテクスチャー形態を取ることができる。例えば歯用クリーム、練り歯磨きまたは粉歯磨きの場合は、テクスチャーは粒状またはペースト状であつてよい。同様にゲル様製剤はコロイド状シリカおよびアルカリ金属アルミノケイ酸塩のような試薬を使用して処方してよい。

チューインガムに関して記載したように本発明の安定化スクラローズ複合体は好ましくは、スクラローズ、糖類、サツカリン、エースサルフ

冷蔵庫中で一夜結晶化させた。次に析出した結晶を冷時ろ過によりろ過し、その後風乾し、ミリングし、均質な粒径とした。

共結晶複合体の一連の試料を試験用に調製するため、シクロデキストリン0.25、0.5 および1.0 gをスクラローズに添加して計5 gの混合物を調製した。即ち、試料はシクロデキストリン5%、10%および20%を含有する混合物に相当するものとなつた。比較のために純粋なスクラローズを含有する試料を同様の方法で調製し、同様にしてミリングし、粒径の差を無くした。

このようにして調製された粉末を約195°F (92°C)の温度に曝し、加熱の間観察を続け、それぞれの試料が淡褐色に変わる時間、即ち変色するのに必要な時間を調べた。結果を以下の第1表に示す。

エーム-K、アスパルテーム等のような天然および人工の甘味料とともに使用するのが好ましい。

本発明は以下に示す特定の実施例を参照することにより、よりよく理解されるが実施例は説明のためのものであり、これに限定する意図はない。実施例中に示した全てのパーセントおよび部は特段の記載が無い限り重量で示した。

#### 実施例 I

幾つかの安定化スクラローズ組成物を以下の工程により調製した。所要量のβ-シクロデキストリンをスクラローズに添加し、得られた混合物をメタノール25 mlに溶解し、次に真空吸引を適用しながら40℃まで加熱してメタノールを除去した。1時間後残存するスラリーを酢酸エチルに溶解し、得られた溶液を加熱して完全な溶液とした。次に溶液を20℃まで冷却し、

第 1 表

試 料	変色までの時間
スクラローズのみ	60分
スクラローズ-5%シクロデキストリン	80分
スクラローズ-10%シクロデキストリン	90分
スクラローズ-20%シクロデキストリン	180分

第1表から解るとおり、僅か5%のシクロデキストリンとのスクラローズの共結晶により、耐変色性に反映されている熱安定性において、33.3%の向上が達成され、10%シクロデキストリンを用いた場合には50%の向上があつた。シクロデキストリン20重量%を用いて共結晶を行なつた場合に300%の最も劇的な向上が認められた。僅か1%のシクロデキストリンしか含有しない複合体も調製して試験したところ、上記には結果を示さなかつたがこのような極く



低いシクロデキストリン濃度では殆ど効果が無いことが解つた。

なお、ここに記載した測定数値および結果は選択された低温範囲で試験を行なつた場合により顕著であつた。

#### 実施例 II

遊離のスクラロースを含有する対照試料およびシクロデキストリンをそれぞれ2%、3%、5%、10%および15%を含有する本発明の試料を用いて更に熱安定性試験をおこなつた。実施例Iで行なつた試験結果を確認し、シクロデキストリン含有量をそれ以外に変化させて調製した本発明の複合体の活性および有効性を測定するためである。対照試料および本発明の試料の調製は実施例Iと同様に行なつた。安定性試験時に適用した温度は $195 \pm 5^\circ \text{F}$  ( $92^\circ \pm 3^\circ \text{C}$ )であつた。結果を下記の第2表および第1図に

増大させるにつれ、安定性が実質的に向上したことを示している。

#### 実施例 III

本実施例では存在するシクロデキストリンの量の異なる本発明の複合体を比較してシクロデキストリンの存在によりスクラロース成分の甘味強度およびアリバリーが何らかの作用を受けるかどうかを調べた。従つて5%シクロデキストリン含有複合体0.29gおよび10%シクロデキストリン含有複合体0.31gを別々に水100gに溶解し、スクラロース含有量0.28%の等しい溶液を形成した。遊離のスクラロースを0.28%含有する溶液も調製して試験した。

各溶液の同等の試料を熟練したパネルに与えた。パネルは全溶液が甘味を有し、溶液の間に差はないと断定した。上記の結果よりこれらの量のシクロデキストリンはスクラロースによる

示すが、第1図は純粋なスクラロースの対照試料に対する本発明の試料の変色の遅れ時間をプロットしたものである。

第 2 表

試 料	変色までの時間	遊離のスクラロースに対する遅れ時間(分)
スクラロースのみ	65分	0
スクラロース-2%シクロデキストリン	69分	4
スクラロース-3%シクロデキストリン	72分	7
スクラロース-5%シクロデキストリン	82分	17
スクラロース-10%シクロデキストリン	94分	29
スクラロース-15%シクロデキストリン	136分	71

上記および第1図に示したデータは5%シクロデキストリンの使用により示された有意な熱安定性の閾値を確認するものであり、また、シクロデキストリンの濃度を10%から15%に

甘味のアリバリーおよび甘味刺激を低下させない結論づけることができる。

#### 実施例 IV

ここではガム処方における本発明の甘味料の甘味強度を遊離のスクラロースおよびスクラロースとナイアシンアミドの共結晶複合体と比較した。後者は前記のJacksonの英国特許出願2,169,601号に記載されている方法に従つて調製した。具体的にはシクロデキストリン5%を含有する本発明の複合体、遊離のスクラロースおよびナイアシンアミド3重量%を用いて調製したJacksonの文献の複合体を用いた試料をそれぞれ調製し、その他の点については同一であるスペアミントフレーバーチューインガムに、等量を同等の方法で配合した。調製後、ガム試料を熟練咀嚼パネルによる甘味強度評価に付した。

即ち、ガム試料を研究者のパネルに与え、パネルは全員試料を選別する目的の通常の方法で咀嚼した。試験中各パネルリストに各試料の甘味強度を評価させ、以下の数値に従って採点させた。

0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100  
最低の甘味 最高の甘味

パネルリストに30秒、2分および6分の時点で試料の点数をきいた。各パネルリストの各試料に対する採点結果を平均して比較した。結果は第2図にグラフにして示した。

第2図より分るとおり、本発明のスクラローズ複合体を含有する試料は甘味について、他の2試料よりも良い点数であった。従つて本発明の複合体は遊離のスクラローズより大きい初期甘味を与えた。比較によればJacksonの開示に従つて調製した試料は最低の初期甘味強度を与

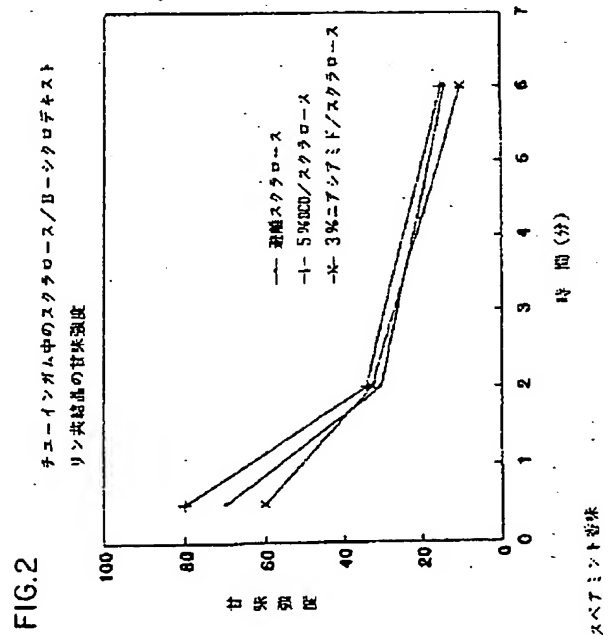
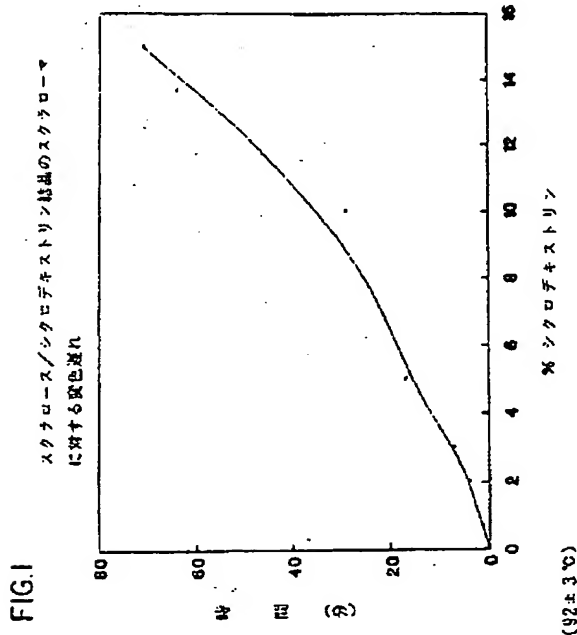
えた。

本発明は、本発明の精神および本質的特徴から外れることなく他の形態を有してよく、また他の方法で実施してよい。従つて本発明の開示は全ての点において請求範囲に示した本発明の範囲を説明するものであつて、これを限定する意図はなく、そして等価な意味および範囲内に属する変化は全て本発明に包含されるものとする。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の共結晶複合体の協変耐性が純粋なスクラローズよりも進歩していることを示すグラフである。

第2図は市販の形態のスクラローズを使用したチューインガムと本発明の複合体を使用したチューインガムの甘味強度を比較した試験の結果を示すグラフである。



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成10年(1998)8月18日

【公開番号】特開平2-258714

【公開日】平成2年(1990)10月19日

【年通号数】公開特許公報2-2588

【出願番号】特願平1-329813

【国際特許分類第6版】

A61K 7/16

A23G 3/00

A23L 1/236

【F I】

A61K 7/16

A23G 3/00

A23L 1/236 A

手 続 補 正 書

平成 8 年 12 月 5 日

特許庁長官 荒 井 秀 光 殿

1. 事件の表示

平成1年特許願第329813号

2. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住 所 アメリカ合衆国ニュージャージー州(07950)セーリス  
ブレインズ、ティーパーロード201

名 称 ワーナー・ランバート・コンパニー

3. 代 理 人

住 所 東京都千代田区御町一丁目10番地(飯町広洋ビル)  
電話 (3261) 2022

氏 名 (9173) 高 木 千 嘉

(外2名)

4. 補正命令の日付(目見)

5. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄

6. 補正の内容

特許請求の範囲を別紙のとおり補正します。

2. 特許請求の範囲

1) スクラロースとシクロデキストリン少なくとも5重量%との共結  
晶複合体を含有する熱安定化スクラロース組成物。

2) シクロデキストリンが、 $\alpha$ -シクロデキストリン、 $\beta$ -シクロデ  
キストリン、 $\gamma$ -シクロデキストリンおよびこれらの混合物よりな  
る群から選択される請求項1記載の組成物。

3) 粒状形態に調製された請求項1記載の組成物。

4) 下記段階:

a) 適当な非水性溶媒中に所定量のスクラロースおよび化学量論的  
に十分な量のシクロデキストリンを溶解すること;

b) 段階a)で形成した溶液を、スクラロースとシクロデキストリ  
ンとの完全な共結晶が起こるのに十分な時間保持すること;

c) 段階b)で得た結晶反応生成物を回収しこれを乾燥すること;

d) 段階c)で得た物質を粉砕して粒子を形成すること、

を包含する、熱安定化スクラロース組成物の製造方法。

5) 非水性溶媒が、メタノールおよび酢酸エチルよりなる群から選択  
される請求項4記載の方法。

6) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する固形食  
品。

7) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する水性食  
品。

8) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する液体飲  
料。

9) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有するチューイ

ンガム組成物。

10) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する口中清浄剤（マウスウォッシュ）。

11) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する咬止めドリップ。

12) 請求項1の熱安定化組成物を含有する甘味料を含有する菓子調製物。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**